

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-207167

(43)Date of publication of application: 31.07.2001

(51)Int.Cl.

C09K 11/06 H05B 33/14

(21)Application number: 2000-013649

(71)Applicant: TOYO INK MFG CO LTD

(22)Date of filing:

(72)Inventor: TAMANO MICHIKO

ONIKUBO SHUNICHI

# (54) LIGHT-EMISSION MATERIAL FOR ORGANIC ELECTRO-LUMINESCENT ELEMENT AND ORGANIC ELECTRO-LUMINESCENT ELEMENT USING THE SAME

# (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a light-emission material for organic EL elements that can emit the light of from the bluish green to the red color with high emission brightness and has the long emission lifetime because the material has a high melting point. SOLUTION: The objective material for organic electroluminescent(EL) element comprises a compound represented by the general formula [1].

24.01.2000

$$\begin{array}{c|c}
A r^2 & A r^1 \\
R 8 & R^9 & R^1 \\
R 7 & R 8 & R 5 & R 4
\end{array}$$

# **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

11.08.2006

[Date of sending the examiner's decision of rejection

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

# (19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-207167 (P2001-207167A)

(43)公開日 平成13年7月31日(2001.7.31)

(51) Int.Cl.7		識別記号		FΙ			7	-7]- *(参考)
C 0 9 K	11/06	620		C 0	9 K 11/06		620	3 K O O 7
		6 3 5					635	
		6 4 5					645	
		650					650	
		655					655	
			審査請求	未請求	請求項の数10	OL	(全 19 頁)	最終頁に続く
				1			. ,	

特願2000-13649(P2000-13649) (71)出顧人 000222118 (21)出願番号 東洋インキ製造株式会社 (22)出願日 平成12年1月24日(2000.1.24) 東京都中央区京橋2丁目3番13号 (72)発明者 玉野 美智子 東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋イ ンキ製造株式会社内 (72)発明者 鬼久保 俊一 東京都中央区京橋二丁目3番13号 東洋イ ンキ製造株式会社内 Fターム(参考) 3K007 AB00 AB02 AB03 AB04 CA01 CA05 CB01 DA00 DB03 EB00 FA01

(54) 【発明の名称】 有機エレクトロルミネッセンス素子用発光材料およびそれを使用した有機エレクトロルミネッセンス素子

# (57)【要約】

【課題】 本発明は、青緑色から赤色までの発光色を持ち、発光輝度が高く、高い融点を有するために長い発光 寿命を持つ有機EL素子用発光材料およびそれを用いた 有機EL素子の提供にある。

【解決手段】下記一般式[1]で示される化合物からなる有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に関する。 一般式[1]

### 【化1】

$$\begin{array}{c|c}
A r^2 & A r^1 \\
R & R^9 & R^1 \\
R & R^5 & R^4
\end{array}$$

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】下記一般式[1]で示される化合物からなる有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。

# 一般式[1]

# 【化1】

$$Ar^{2} Ar^{1}$$

$$R^{8} R^{9} R^{1}$$

$$R^{7} R^{6} R^{5} R^{4}$$

[式中、ArlおよびAr2は、それぞれ独立に、置換も

しくは未置換のアリール基、または置換もしくは未置換の芳香族複素環基を表す。ただし、Ar¹とAr²とは、互いに結合して一体となっても良い。R¹~R³のうち少なくとも1つは、ハロゲン原子、シアノ基、置換もしくは未置換のアルキル基、置換もしくは未置換のアルコキシ基、置換もしくは未置換のアリールオキシ基、置換もしくは未置換のアリールオキシ基、置換もしくは未置換の芳香族複素環基、または置換もしくは未置換の芳香族複素環本シ基を示す。R¹~R³は、隣接した置換基同志で結合して一体となっても良い。〕

【請求項2】 下記一般式[2]で示される有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。

一般式[2]

【化2】

A 
$$r^{6}$$

A  $r^{4}$ 

A  $r^{3}$ 

A  $r^{5}$ 

R  $r^{8}$ 

R  $r^{9}$ 

R  $r^{1}$ 

R  $r^{3}$ 

[式中、Ar³およびAr⁴は、それぞれ独立に、2価の 置換もしくは未置換のアリーレン基、または、2価の置 換もしくは未置換の芳香族複素環基を表す。ただし、A r³とAr⁴とは、互いに結合して一体となっても良い。 Ar5およびAr6は、それぞれ独立に、置換もしくはア リール基、または、置換もしくは未置換の芳香族複素環 基を表す。X1およびX2は、それぞれ独立に、直接結 合、O、S、C=O、SO<sub>2</sub>、(CH<sub>2</sub>) x-O-(CH 2) y、置換もしくは未置換のアルキレン基、または置 換もしくは未置換の2価の脂肪族環残基を表す。ここ で、xおよびyは、それぞれ0~20の正の整数を表す が、x+y=0となることはない。 $R^1 \sim R^9$ のうち少な くとも1つは、ハロゲン原子、シアノ基、置換もしくは 未置換のアルキル基、置換もしくは未置換のアルコキシ 基、置換もしくは未置換のアリール基、置換もしくは未 置換のアリールオキシ基、置換もしくは未置換の芳香族 複素環基、または置換もしくは未置換の芳香族複素環オ キシ基を示す。R1~R9は、隣接した置換基同志で結合 して一体となっても良い。]

【請求項3】 R<sup>5</sup>が、ハロゲン原子、シアノ基、置換も しくは未置換のアルキル基、置換もしくは未置換のアル コキシ基、置換もしくは未置換のアリール基、または置換もしくは未置換のアリールオキシ基であることを特徴とする請求項1または2記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。

【請求項4】 R<sup>1</sup>~R<sup>9</sup>が、隣接した置換基同志で結合して一体となることを特徴とする請求項1ないし3いずれか記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料。 【請求項5】 一対の電極間に発光層または発光層を含む複数層の有機化合物薄膜を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、いずれかの層が、請求項1ないし4いずれか記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を単独もしくは混合物として含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項6】 一対の電極間に発光層または発光層を含む複数層の有機化合物薄膜を形成してなる有機エレクトロルミネッセンス素子において、発光層が請求項1ないし4いずれか記載の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を単独もしくは混合物として含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項7】 さらに、陽極と発光層との間に正孔注入 層を形成することを特徴とする請求項5または6記載の 有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項8】 正孔注入層が、アリールアミン誘導体、フタロシアニン化合物、およびトリフェニレン誘導体からなる群から選ばれる少なくとも1種を含有する層であることを特徴とする請求項7記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項9】 さらに、陰極と発光層との間に電子注入層を形成することを特徴とする請求項5ないし8いずれか記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。

【請求項10】 電子注入層が、金属錯体化合物または 含窒素芳香環化合物を含有する層であることを特徴とす る請求項9記載の有機エレクトロルミネッセンス素子。 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は平面光源や表示に使用される有機エレクトロルミネッセンス(EL)素子用発光材料および高輝度の発光素子に関するものである。 【0002】

【従来の技術】有機物質を使用したEL素子は、固体発光型の安価な大面積フルカラー表示素子としての用途が有望視され、多くの開発が行われている。一般にEL素子は、発光層および該層をはさんだ一対の対向電極から構成されている。発光は、両電極間に電界が印加されると、陰極側から電子が注入され、陽極側から正孔が注入され、この電子が発光層において正孔と再結合し、エネルギー準位が伝導帯から価電子帯に戻る際にエネルギーを光として放出する現象である。

【0003】従来の有機EL素子は、無機EL素子に比べて駆動電圧が高く、発光輝度や発光効率も低かった。また、特性劣化も著しく実用化には至っていなかった。 【0004】近年、10V以下の低電圧で発光する高い蛍光量子効率を持った有機化合物を含有した薄膜を積層した有機EL素子が報告され、関心を集めている(アプライド・フィジクス・レターズ、51巻、913ページ、1987年参照)。

【0005】この方法は、金属キレート錯体を発光層、 アミン系化合物を正孔注入層に使用して、高輝度の緑色

発光を得ており、6~10 Vの直流電圧で輝度は数1000(cd/m²)、最大発光効率は1.5(1m/W)を達成して、実用領域に近い性能を持っている。【0006】しかしながら、現在までの有機E L 素子は、構成の改善により発光強度は改良されているが、未だ充分な発光輝度は有していない。また、繰り返し使用時の安定性に劣るという大きな問題を持っている。発明者は、特開平9-157643号公報においては、アントラセン環の9位にジアリールアミノ基が導入された特定のアミン化合物を有機E L 発光材料とすることを提案したが、この化合物は、融点が低いため、かつ結晶性が高い為、短時間の発光で大きく劣化する。また、発光色も青緑色から緑色で、黄色から赤色の発光は望めない。

以上の理由により、青色から赤色までの発光色が得られ、高い発光輝度、発光効率を持ち、長い寿命を持つ有機EL素子の開発のために、優れた発光能力を有し、耐久性のある発光材料が望まれている。

#### [0007]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、青緑色から 赤色までの発光色を持ち、発光輝度が高く、高い融点を 有するために長い発光寿命を持つ有機EL素子用発光材 料およびそれを用いた有機EL素子の提供にある。

#### [0008]

【課題を解決するための手段】本発明者らが鋭意検討した結果、一般式[1]または一般式[2]で示される有機EL素子用発光材料を発光層に使用した有機EL素子は、青色から赤色発光を示し、発光輝度および発光効率が高く、発光寿命も優れていることを見いだした。また、一般式[1]または一般式[2]で示される有機EL素子用発光材料は、アミノ基を1個のみ含有する為、イオン化ポテンシャルが、アミノ基を2個含有する化合物に比較して低くなる。この事は、正孔注入層からのバンドギャップが少なくなり、より高い発光効率を有する有用な発光素子となることを見出した。

【0009】本発明は、下記一般式[1]で示される化合物からなる有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に関する。

一般式[1] 【0010】 【化3】

【0011】[式中、Ar¹およびAr²は、それぞれ独立に、置換もしくは未置換のアリール基、または置換もしくは未置換の芳香族複素環基を表す。ただし、Ar¹とAr²とは、互いに結合して一体となっても良い。R¹~R³のうち少なくとも1つは、ハロゲン原子、シアノ基、置換もしくは未置換のアルキル基、置換もしくは未置換のアルコキシ基、置換もしくは未置換のアリール基、置換もしくは未置換の方香族複素環基、または置換もしくは未置換の芳香族複素環オキシ基を示す。R¹~R³は、隣接した置換基同志で結合して一体となっても良い。]また、本発明は一般式[2]で示される有機エレクトロルミネ

[0012]

ッセンス素子用材料に関する。 一般式 [2]

# $A r^{6}$ $A r^{4}$ $A r^{3}$ $A r^{4}$ $A r^{3}$ $A r^{4}$ $A r^{3}$ $A r^{5}$ $A r^{4}$ $A r^{3}$ $A r^{5}$ $A r^{4}$ $A r^{3}$ $A r^{5}$ $A r^{4}$ $A r^{3}$ $A r^{4}$ $A r^{4}$ $A r^{3}$ $A r^{4}$ $A r^{4}$ $A r^{4}$ $A r^{5}$ $A r^{4}$ $A r^{5}$ $A r^{4}$ $A r^{5}$ $A r^$

【0013】[式中、Ar3およびAr4は、それぞれ独 立に、2価の、置換もしくは未置換のアリーレン基、ま たは、置換もしくは未置換の芳香族複素環基を表す。た だし、Ar3とAr4とは、互いに結合して一体となって も良い。Ar5およびAr6は、それぞれ独立に、置換も しくは置換アリール基、または、置換もしくは未置換の 芳香族複素環基を表す。X1およびX2は、それぞれ独立 に、直接結合、O、S、C=O、SO<sub>2</sub>、(CH<sub>2</sub>)x-〇一(CH₂) y、置換もしくは未置換のアルキレン 基、または置換もしくは未置換の2価の脂肪族環残基を 表す。ここで、xおよびyは、それぞれ0~20の正の 整数を表すが、x+y=0となることはない。 $R^1 \sim R^9$ のうち少なくとも1つは、ハロゲン原子、シアノ基、置 換もしくは未置換のアルキル基、置換もしくは未置換の アルコキシ基、置換もしくは未置換のアリール基、置換 もしくは未置換のアリールオキシ基、置換もしくは未置 換の芳香族複素環基、または置換もしくは未置換の芳香 族複素環オキシ基を示す。R1およびR9は、隣接した置 換基同志で結合して一体となっても良い。〕また、本発 明は、R<sup>5</sup>が、ハロゲン原子、シアノ基、置換もしくは 未置換のアルキル基、置換もしくは未置換のアルコキシ 基、置換もしくは未置換のアリール基、または置換もし くは未置換のアリールオキシ基であることを特徴とする 上記有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に関す る。

【0014】また、本発明は、 R1~R9が、隣接した 置換基同志で結合して一体となることを特徴とする上記 有機エレクトロルミネッセンス素子用材料に関する。 【0015】また本発明は、一対の電極間に発光層また は発光層を含む複数層の有機化合物薄膜を形成してなる 有機エレクトロルミネッセンス素子において、発光層が上記有機エレクトロルミネッセンス素子用材料を単独も しくは混合物として含有することを特徴とする有機エレクトロルミネッセンス素子である。

【0016】また本発明は、陽極と発光層との間に正孔 注入層を形成することを特徴とする上記有機エレクトロ ルミネッセンス素子である。

【0017】また本発明は、正孔注入層が、アリールアミン誘導体、フタロシアニン化合物、およびトリフェニレン誘導体からなる群から選ばれる少なくとも1種を含有する層であることを特徴とする上記有機エレクトロルミネッセンス素子である。

【0018】また本発明は、陰極と発光層との間に電子 注入層を形成することを特徴とする上記有機エレクトロ ルミネッセンス素子である。

【0019】また本発明は、電子注入層が、金属錯体化合物または含窒素芳香環化合物を含有する層であることを特徴とする上記有機エレクトロルミネッセンス素子である。

# [0020]

【発明の実施の形態】本発明でいうアリール基およびアリーレン基は、芳香族炭化水素基であり、複素環を含まない芳香族基であり、単環のものと2つ以上の環を有する縮合多環のものとがある。単環の例としては、ベンゼン環があり、縮合多環の例としては、ナフタレン環、アントラセン環、フェナントレン環、フルオレン環、ピレン環、ペリレン環、トリフェニレン環などがある。これらは、後述のR<sup>1</sup>~R<sup>9</sup>で示される置換基により置換されていてもよい。

【0021】また、本発明でいう芳香族複素環としては、ピリジン環、ピラジン環、ピリミジン環、ピリダジン環、トリアジン環、インドリン環、キノリン環、アクリジン環、カルバゾール環、フラン環、チオフェン環、オキサゾール環、オキサジアゾール環、ベンゾオキサゾール環、チアゾール環、ベンゾチアゾール環、トリアゾール環、ベンゾトリアゾール環、イミダゾール環、ベンゾイミダゾール環等の炭素数2~30の置換または未置換の芳香族複素環がある。これら

は、後述の $R^1 \sim R^9$ で示される置換基により置換されていてもよい。

【0022】また、本発明でいう芳香族複素環オキシ基とは、前述の芳香族複素環残基と酸素原子とが結合した 置換基である。

【0023】本発明における一般式[1]で示される化合物の $Ar^1$ 並びに $Ar^2$ 、および一般式[2]で示される化合物の $Ar^5$ 並びに $Ar^6$ は、それぞれ独立に、置換もしくは未置換のアリール基、または置換もしくは未置換の芳香族複素環基を表す。

【0024】ただし、Ar¹とAr²とは、それぞれ互いに結合して、複素環を形成しても良い。複素環としては、カルバゾール環、ピロリジン環、ジオキソラン環、ピラゾリジン環、ピペリジン環、ジオキサン環、モルフォリン環、ピペラジン環、トリチアン環等および上記芳香族複素環がある。

【0025】一般式[2]で示されるAr³およびAr⁴は、それぞれ独立に、2価の、置換もしくは未置換のアリーレン基、または、置換もしくは未置換の芳香族複素環基を表す。

【0026】ただし、Ar<sup>3</sup>とAr<sup>4</sup>とは、互いに結合して一体となっても複素環を形成しても良い。複素環の具体例としては、一般式[1]で示される化合物のAr<sup>1</sup>、Ar<sup>2</sup>の説明で例示したものと同様の複素環が例示できる。

【0027】また、一般式[1]で示される置換基のR<sup>1</sup>~R<sup>9</sup>は、それぞれ独立に、水素原子、ハロゲン原子、シアノ基、置換もしくは未置換のアルキル基、置換もしくは未置換のアリール基、または、置換もしくは未置換のアリールオキシ基を表す。

【0028】その具体例として、ハロゲン原子としてはフッ素、塩素、臭素、ヨウ素がある。

【0029】置換もしくは未置換のアルキル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、secーブチル基、tertーブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ステアリル基、2ーフェニルイソプロピル基、トリクロロメチル基、トリフルオロメチル基、ベンジル基、αーフェノキシベンジル基、α,αージメチルベンジル基、α,αーメチルフェニルベンジル基、α,αージトリフルオロメチルベンジル基、トリフェニルメチル基、αーベンジルオキシベンジル基等の炭素数1~30のアルキル基の置換基がある。

【0030】置換もしくは未置換のアルコキシル基としては、メトキシ基、エトキシ基、プロポキシ基、nーブトキシ基、tーブトキシ基、1,1,1ーテトラフルオロエトキシ基、フェノキシ基、ベンジルオキシ基、オクチルフェノキシ基等の炭素数1~20のアルコキシル基があ

る。

【0031】置換もしくは未置換のアリールオキシ基としては、フェノキシ基、4ーニトロフェノキシ基、tertーブチルフェノキシ基、3ーフルオロフェノキシ基、ペンタフルオロフェニル基、トリフルオロメチルフェノキシ基等がある。

【0032】置換または未置換のアリールチオ基としては、フェニルチオ基、4ーメチルフェニルチオ基、tertーブチルフェニルチオ基、3ーフルオロフェニルチオ基、ペンタフルオロフェニルチオ基、3ートリフルオロメチルフェニルチオ基等がある。

【0033】 $R^1 \sim R^9$ は、隣接した置換基同志で結合して新たな環を形成してもよく、その具体例としては、化合物(10)のようなナフタセン環、化合物(23)のようなペンタセン環等の6員アリール環が例示出来る。【0034】一般式 [2]の $X^1$ および $X^2$ は、それぞれ独立に、直接結合、O、S、C=O、 $SO_2$ 、( $CH_2$ )  $x-O-(CH_2)$  y、置換もしくは未置換のアルキレン基、置換もしくは未置換の脂肪族環残基を表す。ここで、xおよびyは、それぞれ $O\sim20$ の正の整数を表す

【0035】置換または未置換のアルキレン基としては 炭素数1~20のアルキレン基もしくはその置換体、置 換または未置換の2価の脂肪族環残基としては、シクロペンチル環、シクロペキシル環、4-メチルシクロペキシル環、シクロペプチル環等の炭素数5~7の脂肪族環の二価の残基が挙げられる。

が、x+y=0となることはない。

【0036】X<sup>1</sup>およびX<sup>2</sup>の置換アルキレン基又は置換脂肪族環残基の置換基としては、R<sup>1</sup>~R<sup>9</sup>で示した置換基がある。X<sup>1</sup>およびX<sup>2</sup>の置換アルキレン基として好ましいものは、2,2-プロピレン基、ジクロロメチレン基、ジフルオロメチレン基、フェノキシメチレン基、メチルフェニルメチレン基、ジフェニルメチレン基、ベンジルオキシメチレン基などが挙げられる。

【0037】また、直接結合の場合は、化合物(3)のようなビフェニル基、化合物(9)のようなターフェニル基等が例示できる。

【0038】本発明の有機エレクトロルミネッセンス素子用材料は、アントラセン環にガラス転移点や融点を高めるために、ハロゲン原子、シアノ基、置換もしくは未置換のアルキル基、置換もしくは未置換のアルコキシ基、置換もしくは未置換のアリール基、または置換もしくは未置換のアリールオキシ基を置換することを特徴とする。

【0039】これらの化合物の中で、R1~R®が芳香環を有しているアリール基またはアリールオキシ基を持つ化合物、または、R1~R®が隣接する置換基同士で環を形成している化合物は、この様な置換基を有しない化合物に比較して、ガラス転移点や融点が高くなり電界発光時における有機層中、有機層間もしくは、有機層と金属

電極間で発生するジュール熱に対する耐性(耐熱性)が 向上するので、有機EL素子の発光材料として使用した 場合、高い発光輝度を示し、長時間発光させる際にも有 利である。

【0040】また、合成の面からは、特に $R^1 \sim R^9$ のうちの $R^5$ が置換されていることが好ましい。

【0041】その代表例として、表1の、化合物(2)の融点は180℃であるのに対して、化合物(37)の融点は、125℃と低い。すなわち、一般式[1]のR<sup>5</sup>がフェニル基であることにより、50℃以上の融点上昇が見られる。

【0042】本発明の化合物は、これらの置換基に限定されるものではない。

【0043】一般式[1]または一般式[2]で示される化合物は、次の方法で合成することが出来る。不活性溶媒中でハロゲン化アントラセン誘導体と芳香族ジアミン化合物を、銅等の触媒と共に200℃で長時間反応させて、一般式[1]で示される芳香族アミン化合物を合

成する。もう一つの合成法としては、アミノ化アントラセン誘導体とハロゲン化アリール誘導体を、不活性溶媒中で反応させる方法がある。触媒としては、銅粉、塩化第一銅、錫、塩化第一錫等がある。溶媒は、N, N-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、ニトロベンゼン等がある。

【0044】一般式 [1]または一般式 [2]で示される化合物を、有機EL素子の発光材料に使用した場合、それぞれの素子は青緑色~赤色までの広い発光領域で高い発光効率を示した。さらには、本発明の材料は、200℃以上の融点を有するものが多く、最大発光輝度が高く、長寿命の素子を作製する際にも極めて有利である。【0045】一般式 [1]または一般式 [2]で示される化合物の代表例を具体的に表1に例示するが、これらに限定されるものではない。

【0046】 【表1】

化合物	化学供油
(1)	CH <sub>3</sub>
(2)	H <sub>3</sub> C CH <sub>3</sub>
(3)	

[0047]

化合物	化学排泄
(4)	H <sub>3</sub> C CH <sub>3</sub>
(5)	
(6)	

[0048]

化金物	化學構造
<b>(7)</b>	H <sub>3</sub> C
(*)	F H <sub>3</sub> C CH <sub>3</sub>
(9)	

[0049]

化合物	化学模造
(10)	
(11)	
(12)	H <sub>3</sub> CO OCH <sub>3</sub>

[0050]

化合物	化学構造
(13)	H <sub>2</sub> C <sub>C</sub> H H <sub>2</sub> C <sub>C</sub> CH
(14)	H <sub>3</sub> C CH <sub>3</sub>
(15)	

化合物	化学構造
(16)	OCH <sub>3</sub>
(17)	
(18)	H <sub>3</sub> CO O CH <sub>3</sub>

[0052]

化金物	化学模造
(19)	H <sub>3</sub> C CH <sub>3</sub>
(20)	S N S C H <sub>3</sub>
(21)	CH2 CF3

化合物	化学表達
(22)	NI II
(28)	
(24)	H <sub>3</sub> CO OCH

[0054]

化金物	化学構造
(25)	H <sub>3</sub> C CH <sub>3</sub> H <sub>3</sub> C CH <sub>3</sub>
(26)	
(27)	CH <sub>3</sub> H <sub>3</sub> C H <sub>2</sub> C H <sub>2</sub> C

化合物	化学排液
(28)	
(29)	OCH <sub>3</sub>
(30)	H <sub>3</sub> CO CH <sub>3</sub>

[0056]

化金物	化学课道
(31)	C2H5 NC
(\$2)	H <sub>3</sub> C CS CH <sub>3</sub>
(33)	CH <sub>3</sub>

化合物	化学構造
(34)	CH <sub>3</sub>
(35)	H <sub>3</sub> C CH <sub>3</sub>
(86)	

【0058】本発明の化合物は、固体状態において強い 蛍光を持つ化合物であり電場発光性にも優れている。ま た、金属電極からの優れた電子注入性および電子輸送性 を併せて持ち合わせているので、発光材料として有効に 使用することができ、更には、他の正孔輸送性材料、電 子輸送性材料もしくはドーピング材料を使用してもさし つかえない。

【0059】有機EL素子は、陽極と陰極間に一層もし くは多層の有機薄膜を形成した素子である。一層型の場 合、陽極と陰極との間に発光層を設けている。発光層 は、発光材料を含有し、それに加えて陽極から注入した 正孔、もしくは陰極から注入した電子を発光材料まで輸 送させるために、正孔注入材料もしくは電子注入材料を 含有しても良い。しかしながら、本発明の発光材料は、 極めて高い発光量子効率、高い正孔輸送能力および電子 輸送能力を併せ持ち、均一な薄膜を形成することができ るので、本発明の発光材料のみで発光層を形成すること も可能である。多層型は、(陽極/正孔注入帯域/発光 層/陰極)、(陽極/発光層/電子注入帯域/陰極)、 (陽極/正孔注入帯域/発光層/電子注入帯域/陰極) の多層構成で積層した有機EL素子がある。本発明の化 合物は、高い発光特性を持ち、正孔注入性、正孔輸送特 性および電子注入性、電子輸送特性をもっているので、 発光材料として発光層に使用できる。

【0060】発光層には、必要があれば、本発明の化合物に加えて、さらなる公知の発光材料、ドーピング材

料、正孔注入材料や電子注入材料を使用することもでき る。有機EL素子は、多層構造にすることにより、クエ ンチングによる輝度や寿命の低下を防ぐことができる。 必要があれば、発光材料、ドーピング材料、正孔注入材 料や電子注入材料を組み合わせて使用することが出来 る。また、ドーピング材料により、発光輝度や発光効率 の向上、赤色や青色の発光を得ることもできる。また、 正孔注入帯域、発光層、電子注入帯域は、それぞれ二層 以上の層構成により形成されても良い。その際には、正 孔注入帯域の場合、電極から正孔を注入する層を正孔注 入層、正孔注入層から正孔を受け取り発光層まで正孔を 輸送する層を正孔輸送層と呼ぶ。同様に、電子注入帯域 の場合、電極から電子を注入する層を電子注入層、電子 注入層から電子を受け取り発光層まで電子を輸送する層 を電子輸送層と呼ぶ。これらの各層は、材料のエネルギ ー準位、耐熱性、有機層もしくは金属電極との密着性等 の各要因により選択されて使用される。

【0061】本発明の化合物と共に発光層に使用できる発光材料またはドーピング材料としては、アントラセン、ナフタレン、フェナントレン、ピレン、テトラセン、コロネン、クリセン、フルオレセイン、ペリレン、フタロペリレン、ナフタロペリレン、ペリノン、フタロペリノン、サフタロペリノン、ジフェニルブタジエン、テトラフェニルブタジエン、クマリン、オキサジアゾール、アルダジン、ビスベンゾキサゾリン、ビススチリル、ピラジン、シクロペンタジエン、キノリン金属錯

体、アミノキノリン金属錯体、ベンゾキノリン金属錯体、イミン、ジフェニルエチレン、ビニルアントラセン、ジアミノカルバゾール、ピラン、チオピラン、ポリメチン、メロシアニン、イミダゾールキレート化オキシノイド化合物、キナクリドン、ルブレンおよび色素レーザー用や増白用の蛍光色素等があるが、これらに限定されるものではない。

【0062】本発明の化合物および共に発光層に使用できる上記の化合物の発光層中での存在比率はどれが主成分であってもよい。つまり、上記の化合物および本発明における化合物のそれぞれの組み合わせにより、本発明における化合物は発光層を形成する主材料にも他の主材料中へのドーピンク材料にも成り得る。

【0063】正孔注入材料としては、正孔を輸送する能 力を持ち、陽極からの正孔注入効果、発光層または発光 材料に対して優れた正孔注入効果を有し、発光層で生成 した励起子の電子注入帯域または電子注入材料への移動 を防止し、かつ薄膜形成能力の優れた化合物が挙げられ る。具体的には、フタロシアニン誘導体、ナフタロシア ニン誘導体、ポルフィリン誘導体、オキサゾール、オキ サジアゾール、トリアゾール、イミダゾール、イミダゾ ロン、イミダゾールチオン、ピラゾリン、ピラゾロン、 テトラヒドロイミダゾール、オキサゾール、オキサジア ゾール、ヒドラゾン、アシルヒドラゾン、ポリアリール アルカン、スチルベン、ブタジエン、ベンジジン型トリ フェニルアミン、スチリルアミン型トリフェニルアミ ン、ジアミン型トリフェニルアミン等と、それらの誘導 体、およびポリビニルカルバゾール、ポリシラン、導電 性高分子等の高分子材料等があるが、これらに限定され るものではない。

【0064】本発明の有機EL素子において使用できる 正孔注入材料の中で、さらに効果的な正孔注入材料は、 アリールアミン誘導体、フタロシアニン化合物ないしは トリフェニレン誘導体である。アリールアミン誘導体の 具体例としては、トリフェニルアミン、トリトリルアミ ン、トリルジフェニルアミン、N, N'ージフェニルー N, N'ージーmートリルー4, 4'ービフェニルジア ミン、N, N, N', N'ーテトラ (pートリル)ーp -フェニレンジアミン、N, N, N', N'-テトラー p-トリルー4, 4'ービフェニルジアミン、N, N' ージフェニルーN, N'ージ(1ーナフチル)ー4, 4'-ビフェニルジアミン、N, N'-ジ(4-n-ブ ーフェナントレンジアミン、4,4',4"ートリス (N-フェニル-N-m-トリルアミノ)トリフェニル アミン、1,1ービス[4-(ジーp-トリルアミノ) フェニル] シクロヘキサン等、もしくはこれらの芳香族 三級アミン骨格を有したオリゴマーもしくはポリマー等 があるが、これらに限定されるものではない。

【0065】フタロシアニン(Pc)化合物の具体例と

しては、 $H_2$ Pc、CuPc、CoPc、NiPc、ZnPc、PdPc、FePc、MnPc、C1A1Pc、C1GaPc、C1InPc 、C1SnPc 、C1 2SiPc 、(HO) A 1Pc 、(HO) GaPc 、V OPc 、TiOPc 、MoOPc 、GaPc-O-GaPc 等のフタロシアニン誘導体およびナフタロシアニン誘導体等があるが、これらに限定されるものではない。 【0066】トリフェニレン誘導体の具体例としては、 0066】トリフェニレン、 00060】トリフェニレン、 00060】トリフェニレン、 00060】トリフェニレン、 00060】トリフェニレン、 00060】トリフェニレン、 00060】トリフェニレン、 00060】トリフェニレン、 00060】トリフェニレン、 00060】トリフェニレン、 00060~月、00060~

ンなどのヘキサアルコキシトリフェニレン類、ヘキサフェノキシトリフェニレン、ヘキサナフチルオキシトリフェニレン、ヘキサナフチルオキシトリフェニレン、トリフェニレンジオキシトリフェニレンなどのヘキサアリールオキシトリフェニレン類、ヘキサアセトキシトリフェニレン、ヘキサベンゾイルオキシトリフェニレンなどのヘキサアシロキシトリフェニレン類等があるが、これらに限定されるものではない。 【0067】電子注入材料としては、電子を輸送する能力を持ち、陰極からの正孔注入効果、発光層または発光

【0067】電子注入材料としては、電子を輸送する能力を持ち、陰極からの正孔注入効果、発光層または発光材料に対して優れた電子注入効果を有し、発光層で生成した励起子の正孔注入帯域への移動を防止し、かつ薄膜形成能力の優れた化合物が挙げられる。例えば、フルオレノン、アントラキノジメタン、ジフェノキノン、チオピランジオキシド、オキサゾール、オキサジアゾール、トリアゾール、イミダゾール、ペリレンテトラカルボン酸、フレオレニリデンメタン、アントラキノジメタン、アントロン等とそれらの誘導体があるが、これらに限定されるものではない。また、正孔注入材料に電子受容物質を、電子注入材料に電子供与性物質を添加することにより増感させることもできる。

【0068】本発明の有機EL素子において、さらに効 果的な電子注入材料は、金属錯体化合物もしくは含窒素 五員環誘導体である。具体的には、金属錯体化合物とし ては、8-ヒドロキシキノリナートリチウム、ビス(8 ーヒドロキシキノリナート) 亜鉛、ビス(8-ヒドロキ シキノリナート) 銅、ビス(8-ヒドロキシキノリナー ト)マンガン、トリス(8-ヒドロキシキノリナート) アルミニウム、トリス(2-メチル-8-ヒドロキシキ ノリナート)アルミニウム、トリス(8-ヒドロキシキ **ノリナート)ガリウム、ビス(10-ヒドロキシベンゾ** [h] キノリナート) ベリリウム、ビス(10-ヒドロ キシベンゾ [h] キノリナート) 亜鉛、ビス(2-メチ ルー8-ヒドロキシキノリナート)クロロガリウム、ビ ス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(o-クレゾラート) ガリウム、ビス(2-メチル-8-ヒド ロキシキノリナート) (1-ナフトラート) アルミニウ ム、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)

(2-ナフトラート) ガリウム、ビス(2-メチル-8 ーヒドロキシキノリナート)フェノラートガリウム、ビ ス(o-(2-ベンゾオキサゾリル)フェノラート) 亜 鉛、ビス(o-(2-ベンゾチアゾリル)フェノラー ト) 亜鉛、ビス(o-(2-ベンゾトリアゾリル) フェ ノラート) 亜鉛等があるが、これらに限定されるもので はない。また、含窒素五員誘導体としては、オキサゾー ル、チアゾール、オキサジアゾール、チアジアゾールも しくはトリアゾール誘導体が好ましい。具体的には、  $2, 5 - \forall \lambda (1 - \lambda - \lambda - \lambda) - 1, 3, 4 - \lambda + \lambda$ ール、ジメチルPOPOP、2,5-ビス(1-フェニ (1-7)ル) -1, 3, 4-4アゾール、2, 5-ビス(1-フ ェニル) -1, 3, 4-オキサジアゾール、2-(4' -tert- $\overline{y}$ + $\nu$  $\overline{y}$ + $\nu$ - $\nu$ (1, 1) (1, 3) (4 -(1-t)+(1-t1,  $4 - \forall \lambda [2 - (5 - \gamma_1)]$  (5 -  $\gamma_2$ ) ベンゼン、1,4-ビス[2-(5-フェニルオキサジ アゾリル)-4-tert-ブチルベンゼン]、2- $(4' - tert - \vec{y} + \vec{y}) - 5 - (4'' - \vec{y})$ フェニル)-1,3,4-チアジアゾール、2,5-ビ ス(1-ナフチル)-1,3,4-チアジアゾール、1,4-ビス[2-(5-フェニルチアジアゾリル)]ベ ンゼン、2-(4'-tert-ブチルフェニル)-5 $-(4"-\forall 7 \pm 2 \mu)-1, 3, 4-\forall 7 \mu$  $2, 5 - \forall \lambda (1 - \tau \tau + \tau \lambda) - 1, 3, 4 - \lambda \tau \nu$ ール、1,4ービス[2-(5-フェニルトリアゾリ ル)]ベンゼン等があるが、これらに限定されるもので はない。

【0069】本有機EL素子においては、発光層中に、本発明の化合物の他に、発光材料、ドーピング材料、正孔注入材料および電子注入材料の少なくとも1種が同一層に含有されてもよい。また、本発明により得られた有機EL素子の、温度、湿度、雰囲気等に対する安定性の向上のために、素子の表面に保護層を設けたり、シリコンオイル、樹脂等により素子全体を保護することも可能である。

【0070】有機EL素子の陽極に使用される導電性材料としては、4eVより大きな仕事関数を持つものが適しており、炭素、アルミニウム、バナジウム、鉄、コバルト、ニッケル、タングステン、銀、金、白金、パラジウム等およびそれらの合金、ITO基板、NESA基板に使用される酸化スズ、酸化インジウム等の酸化金属、さらにはポリチオフェンやポリピロール等の有機導電性樹脂が用いられる。

【0071】陰極に使用される導電性物質としては、4 e Vより小さな仕事関数を持つものが適しており、マグネシウム、カルシウム、錫、鉛、チタニウム、イットリウム、リチウム、ルテニウム、マンガン、アルミニウム等およびそれらの合金が用いられるが、これらに限定さ

れるものではない。合金としては、マグネシウム/銀、マグネシウム/インジウム、リチウム/アルミニウム等が代表例として挙げられるが、これらに限定されるものではない。合金の比率は、蒸着源の温度、雰囲気、真空度等により制御され、適切な比率に選択される。陽極および陰極は、必要があれば二層以上の層構成により形成されていても良い。

【0072】有機EL素子では、効率良く発光させるために、少なくとも一方は素子の発光波長領域において充分透明にすることが望ましい。また、基板も透明であることが望ましい。透明電極は、上記の導電性材料を使用して、蒸着やスパッタリング等の方法で所定の透光性が確保するように設定する。発光面の電極は、光透過率を10%以上にすることが望ましい。基板は、機械的、熱的強度を有し、透明性を有するものであれば限定されるものではないが、例示すると、ガラス基板、ポリエチレン板、ポリエチレンテレフテレート板、ポリエーテルサルフォン板、ポリプロピレン板等の透明樹脂があげられる。

【0073】本発明に係わる有機EL素子の各層の形成は、真空蒸着、スパッタリング、プラズマ、イオンプレーティング等の乾式成膜法やスピンコーティング、ディッピング、フローコーティング等の湿式成膜法のいずれの方法を適用することができる。膜厚は特に限定されるものではないが、適切な膜厚に設定する必要がある。膜厚が厚すぎると、一定の光出力を得るために大きな印加電圧が必要になり効率が悪くなる。膜厚が薄すぎるとピンホール等が発生して、電界を印加しても充分な発光輝度が得られない。通常の膜厚は5 n mから 1 0 μ m の範囲が適しているが、10 n m から 0.2 μ m の範囲がさらに好ましい。

【0074】湿式成膜法の場合、各層を形成する材料を、エタノール、クロロホルム、テトラヒドロフラン、ジオキサン等の適切な溶媒に溶解または分散させて薄膜を形成するが、その溶媒はいずれであっても良い。また、いずれの有機薄膜層においても、成膜性向上、膜のピンホール防止等のため適切な樹脂や添加剤を使用しても良い。使用の可能な樹脂としては、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリアリレート、ボリエステル、ポリカーボネート、ポリアリレート、ポリエステル、ポリアミド、ポリウレタン、ポリスルフォン、ポリメチルアクリレート、ポリメチルアクリレート、ポリメチルアクリレート、ポリメチルアクリレート、ポリーNービニルカルバゾール、ポリシラン等の光導電性樹脂、ポリチオフェン、ポリピロール等の導電性樹脂を挙げることができる。また、添加剤としては、酸化防止剤、紫外線吸収剤、可塑剤等を挙げることができる。

【0075】以上のように、有機EL素子の発光層に本発明の化合物を用いることにより、発光効率、最大発光輝度等の有機EL素子特性を改良することができた。また、この素子は熱や電流に対して非常に安定であり、さ

らには低い駆動電圧で実用的に使用可能の発光輝度が得られるため、従来まで大きな問題であった劣化も大幅に 低下させることができた。

【0076】本発明の有機EL素子は、壁掛けテレビ等のフラットパネルディスプレイや、平面発光体として、 複写機やプリンター等の光源、液晶ディスプレイや計器 類等の光源、表示板、標識灯等へ応用が考えられ、その 工業的価値は非常に大きい。

【0077】本発明の材料は、有機EL素子、電子写真 感光体、光電変換素子、太陽電池、イメージセンサー等 の分野においても使用できる。

#### [0078]

【実施例】以下、本発明を実施例に基づきさらに詳細に 説明する。

#### 化合物(2)の合成方法

1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン50m1中に、9-ブロモ-10-フェニルアントラセン6.6 g、p,p'-ジトリルアミン5.9g、および炭酸カリウム12g、銅粉0.5gを入れ、200℃で50時間加熱撹拌した。その後、500m1の水で希釈し、酢酸エチルで抽出、濃縮して、シリカゲルを用いたカラムクロマトグラフィーにより精製を行ない黄色の蛍光を有する粉末6gを得た。FD-MSよる分子量分析、NMRスペクトル等の分析により、化合物(2)であることを確認した。この化合物の赤外吸収スペクトル(KBr錠剤法)を図1に示す。

#### 化合物(7)の合成方法

ニトロベンゼン50m1中に、9-ブロモ-10-(-2-ベンゾチアゾリル)アントラセン7.8g、(4,4'-ジ(2-フェニルイソプロピル))ジフェニルアミン12.5g、および炭酸カリウム12g、銅粉末0.5gを入れ、200℃にて30時間加熱撹拌した。その後、500部の水で希釈し、クロロホルムを用いて、抽出をおこなった。このクロロホルム層を濃縮し、シリカゲルを用いたカラムクロマトグラフィーにより精製を行い、n-ヘキサンで再沈殿をして黄色の蛍光を有する粉末8gを得た。FD-MSよる分子量分析、NMRスペクトル等の分析により、化合物(7)であることを確認した。

【0079】以下に本発明の化合物を用いた実施例を示す。本例では、電極面積2mm×2mmの有機EL素子の特性を測定した。

## 【0080】実施例1

洗浄した I T O 電極付きガラス板上に、発光材料として表1の化合物 (2)、2、5ービス (1-ナフチル) -1、3、4ーオキサジアゾール、ポリカーボネート樹脂 (帝人化成: パンライトK -1 300) を1:2:10 の重量比でテトラヒドロフランに溶解させ、スピンコーティング法により膜厚100 n mの発光層を得た。その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜

厚150nmの電極を形成して有機EL素子を得た。この素子の発光特性は、直流電圧5Vでの発光輝度20(cd/m²)、最大発光輝度650(cd/m²)、発光効率0.30(1m/W)の緑色発光が得られた。 【0081】実施例2

洗浄したIT〇電極付きガラス板上に、N, N'ー(3ーメチルフェニル)ーN, N'ージフェニルー1, 1'ービフェニルー4, 4'ージアミン(TPD)を真空蒸着して膜厚20nmの正孔注入層を得た。次いで、化合物(3)を蒸着し膜厚40nmの発光層を作成し、次いでトリス(8ーヒドロキシキノリナート)アルミニウム錯体(A1q3)を蒸着して膜厚30nmの電子注入層を得た。その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜厚100nmの電極を形成して有機EL素子を得た。正孔注入層および発光層は10-6Torrの真空中で、基板温度室温の条件下で蒸着した。この素子は直流電圧5Vでの発光輝度120(cd/m²)、最大発光輝度15000(cd/m²)、発光効率1.2(1m/W)の緑色発光が得られた。

#### 【0082】実施例3

洗浄したIT〇電極付きガラス板上に、化合物(7)を塩化メチレンに溶解させ、スピンコーティング法により膜厚50mmの正孔注入型発光層を得た。次いで、ビス(2-メチルー8-ヒドロキシキノリナート)(1-ナフトラート)ガリウム錯体を真空蒸着して膜厚40mmの電子注入層を作成し、その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜厚100mmの電極を形成して有機EL素子を得た。発光層および電子注入層は10~6 Torrの真空中で、基板温度室温の条件下で蒸着した。この素子は、直流電圧5Vでの発光輝度150(cd/m²)、最大発光輝度5200(cd/m²)、発光効率0.60(1m/W)の緑色発光が得られた。

#### 【0083】実施例4

洗浄したIT〇電極付きガラス板上に、化合物(11)を真空蒸着して膜厚50nmの正孔注入型発光層を得た。次いで、ビス(2-メチルー8-ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)ガリウム錯体を真空蒸着して膜厚30nmの電子注入層を作成し、その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜厚100nmの電極を形成して有機EL素子を得た。発光層および電子注入層は10<sup>-6</sup>Torrの真空中で、基板温度室温の条件下で蒸着した。この素子は、直流電圧5Vでの発光輝度250(cd/m²)、最大発光輝度10200(cd/m²)、発光効率1.1(1m/W)の緑色発光が得られた。

#### 【0084】実施例5~14

洗浄した I T O 電極付きガラス板上に、4 , 4 ' - ビス [N-(1-t)+v)-N-t - N-t - N-t

注入層を形成した。次いで、発光材料として表1の化合物を真空蒸着して膜厚30nmの発光層を得た。次いで、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)ガリウム錯体を真空蒸着して膜厚30nmの電子注入層を作成し、その上に、マグネシウムと銀を10:1で混合した合金で膜厚100nmの電極を形成して有機EL素子を得た。正孔注入層および発光層は10-6Torrの真空中で、基板温度室温の条件下で

蒸着した。この素子の発光特性を表2に示す。ここでの発光輝度は、直流電圧5V印加時の輝度である。本実施例の有機EL素子は、全て最高輝度10000(cd/m²)以上の高輝度特性を有し、また、青緑色~赤色までの発光色を得ることができた。

【0085】 【表2】

实施例	表1の化合物	発光課度 最大発光課度 発光排字		
ran	4X   W1021	(cd/m <sup>2</sup> )	(cd/m <sup>2</sup> )	(lm/W)
5	(2)	250	12000	1. 2
6	(3)	320	25800	2. 3
7	(5)	280	15200	1.5
8	(7)	1 8 0	21000	2. 0
9	(10)	120	12000	1.2
1 0	(12)	190	25000	2. 3
1 1	(13)	200	23000	2. 2
1 2	(15)	210	22500	2. 1
1 3	(18)	220	23000	2. 2
14	(25)	190	14000	1. 3

#### 上記の発光課度および発光効率は直流5 7 印解時の測定値を示す。

#### 【0086】実施例15

洗浄した I T O 電極付きガラス板上に、4,4',4" ートリス [N-(3-メチルフェニル)-N-フェニル アミノ]トリフェニルアミンを真空蒸着して、膜厚40 nmの正孔注入層を得た。次いで、 $\alpha-NPD$ を真空蒸 着して、膜厚10 nmの第二正孔注入層を得た。さら に、化合物(5)を真空蒸着して、膜厚30nmの発光 層を作成し、さらにビス(2-メチル-8-ヒドロキシ キノリナート)(1-フェノラート)ガリウム錯体を真 空蒸着して膜厚30 n mの電子注入層を作成し、その上 に、アルミニウムとリチウムを25:1で混合した合金 で膜厚150nmの電極を形成して、有機EL素子を得 た。正孔注入層および発光層は10-6Torrの真空中 で、基板温度室温の条件下で蒸着した。この素子は、直 流電圧5Vでの発光輝度310(cd/m²)、最大発 光輝度19000 (cd/m²)、発光効率1.7(1 m/W)の緑色発光が得られた。

#### 【0087】実施例16

ITO電極と化合物(15)との間に、銅フタロシアニンの膜厚5nmの正孔注入層を設ける以外は、実施例3と同様の方法で有機EL素子を作製した。この素子は、直流電圧5Vで発光輝度60(cd/m²)、最大発光輝度12000(cd/m²)、発光効率1.6(1m/W)の黄色発光が得られた。

#### 【0088】実施例17

4, 4" -トリス [N-(3-メチルフェニル) -N-フェニルアミノ]トリフェニルアミンの代わりに 無金属フタロシアニンの膜厚20 n mの正孔注入層を設ける以外は、実施例15と同様の方法で有機EL素子を作製した。この素子は、直流電圧5Vでの発光輝度50(cd/ $m^2$ )、最大発光輝度12000(cd/ $m^2$ )、発光効率1.3(1m/W)の緑色発光が得られた。

# 【0089】実施例18

発光層として、化合物 (2):  $\alpha$  – NPDを 1:100 の割合で蒸着した膜厚 30 n mの薄膜を設ける以外は、実施例 5 と同様の方法で有機 5 L 太子を作製した。この素子は、直流電圧 5 V での発光輝度 5 2 5 0 5 (5 d 5 m) 最大発光輝度 1 5 0 0 0 (5 d 5

## 【0090】実施例19

発光層として、化合物(16): ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート)(フェノラート)ガリウム 錯体を1:100の割合で蒸着した膜厚30nmの薄膜を設ける以外は、実施例5と同様の方法で有機EL素子を作製した。この素子は、直流電圧5Vでの発光輝度290(cd/m²)、最大発光輝度12000(cd/m²)、発光効率1.1(1m/W)の黄色発光が得ら

れた。

# 【0091】実施例20

発光層として、化合物(22): ビス(2-x+v-8ーヒドロキシキノリナート)(7xノラート)ガリウム 錯体を1:100の割合で蒸着した膜厚30nmの薄膜を設ける以外は、実施例5と同様の方法で有機EL素子を作製した。この素子は、直流電圧5Vでの発光輝度 $250(cd/m^2)$ 、最大発光輝度 $15000(cd/m^2)$ 、発光効率1.3(1m/W)の橙色発光が得られた。

#### 【0092】比較例1

洗浄したITO電極付きガラス板上に、4,4'ービス [N-(1-ナフチル)-N-フェニルアミノ] ビフェ ニル (α-NPD) を真空蒸着して膜厚30nmの正孔 注入層を形成した。次いで、発光材料として化合物(3 7)を真空蒸着して膜厚30nmの発光層を得た。次い で、ビス(2-メチル-8-ヒドロキシキノリナート) (フェノラート)ガリウム錯体を真空蒸着して膜厚30 nmの電子注入層を作成し、その上に、マグネシウムと 銀を10:1で混合した合金で膜厚100nmの電極を 形成して有機EL素子を得た。正孔注入層および発光層 は10-6 Torrの真空中で、基板温度室温の条件下で 蒸着した。この素子は、直流電圧5Vでの発光輝度10 0 (cd/m²)、最大発光輝度3200 (cd/ m<sup>2</sup>)、発光効率 0.2 (1 m/W)の緑色発光が得ら れが、その発光面は斑が見られ、発光寿命は数時間であ った。

化合物[37] 【0093】

【化5】

【0094】比較例1と実施例5を比較して明らかなように、R5が置換基を有することによって最大発光輝度などの特性に著しい向上が見られた。

【0095】本実施例で示された有機EL素子は、二層型以上の素子構成において、最大発光輝度10000 (cd/m²)以上の発光が得られ、全て高い発光効率を得ることができた。本実施例で示された有機EL素子について、3(mA/cm²)で連続発光させたところ、1000時間以上安定な発光を観測することができた。

【0096】本発明の有機EL素子は発光効率、発光輝度の向上と長寿命化を達成するものであり、併せて使用される発光材料、ドーピング材料、正孔注入材料、電子注入材料、増感剤、樹脂、電極材料等および素子作製方法を限定するものではない。

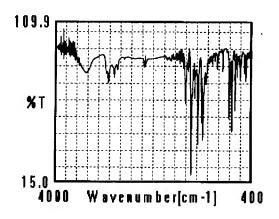
#### [0097]

【発明の効果】本発明の有機EL素子材料を発光材料として使用した有機EL素子は、青緑色から赤色まで発光し、従来に比べて高い発光効率で高輝度であり、高いガラス転移点または融点有するために長い発光寿命を持つ有機EL素子を得ることができた。

# 【図面の簡単な説明】

【図1】化合物(2)の赤外線吸収スペクトル図

【図1】



# (19)01-207167 (P2001-棕僑

# フロントページの続き

 (51)Int.Cl.7
 識別記号
 FI
 デーマコート (参考)

 C O 9 K
 11/06
 6 9 0
 C O 9 K
 11/06
 6 9 0

 H O 5 B
 33/14
 H O 5 B
 33/14
 B